

(19)日本国特許庁 (JP)

(12)公表特許公報 (A)

(11)特許出願公表番号
特表2001-504426
(P2001-504426A)

(43)公表日 平成13年4月3日(2001.4.3)

(51) Int.Cl.
C 03 B 8/04

20/00
37/018

識別記号

F I
C 03 B 8/04

20/00
37/018

テマコト[®] (参考)
J
C
Z
C

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求(全24頁)

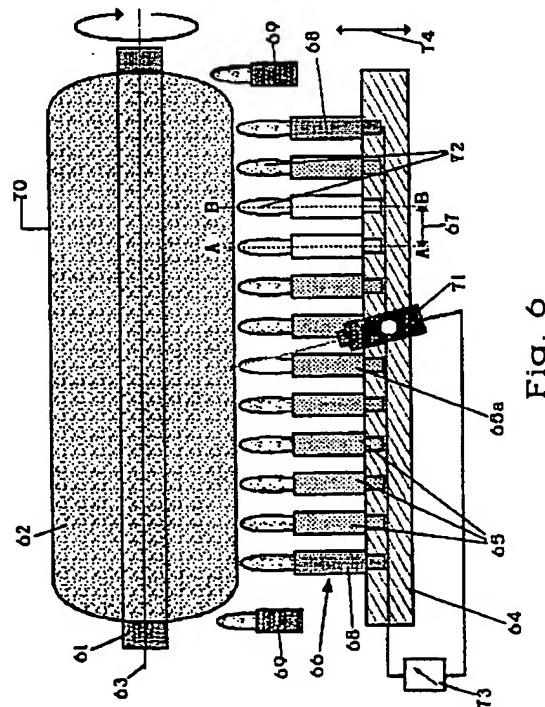
(21)出願番号 特願平10-506541
(86) (22)出願日 平成9年7月17日(1997.7.17)
(85)翻訳文提出日 平成10年3月18日(1998.3.18)
(86)国際出願番号 PCT/EP97/03818
(87)国際公開番号 WO98/03440
(87)国際公開日 平成10年1月29日(1998.1.29)
(31)優先権主張番号 196 28 958. 0
(32)優先日 平成8年7月18日(1996.7.18)
(33)優先権主張国 ドイツ(DE)
(81)指定国 EP(AT, BE, CH, DE,
DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, L
U, MC, NL, PT, SE), BR, CA, CN, J
P, KR, US

(71)出願人 信越石英株式会社
東京都新宿区西新宿一丁目22番2号
(71)出願人 ヘレウス・クアルツグラース・ゲゼルシャ
フト・ミット・ベシュレンクテル・ハフツ
ング
ドイツ連邦共和国、63450 ハナウ、クア
ルツシュトラーゼ(番地なし)
(72)発明者 シャーパー、ハルトヴィッヒ
ドイツ連邦共和国、63741 アシャフェン
ブルク、ハーゼルミュールヴェーク 25
(72)発明者 ルペルト、クラウス
ドイツ連邦共和国、63477 マインタール、
ルイザント・リング 13
(74)代理人 弁理士 曾我道照(外6名)

(54)【発明の名称】石英ガラス体の製造方法

(57)【要約】

本発明は、細長い多孔質母材を形成し、その縦軸線を中心回転する円筒状の支持体の円筒形外表面に SiO_2 粒子を堆積させることにより石英ガラス体を製造する方法に関する。 SiO_2 粒子は、支持体の縦軸線に平行に存在する少なくとも1つの列に配置された複数個の堆積用バーナで形成され、バーナ列は、それらの運動方向が反転される転向点間で往復運動形式で、予め設定された移動速度で移動する。得られた母材は、焼結される。本発明によれば、形成過程において母材の表面温度の基礎値は、1050°Cと1350°Cとの間に維持され、母材の平均周速度は8m/分と15m/分との間に維持され、且つバーナ列の平均並進速度は300mm/分と800mm/分との間に維持される。



【特許請求の範囲】

1. 縦軸線を中心に回転する円筒形状の支持体の外表面にSiO₂粒子を堆積させることにより縦長の多孔質母材を形成して石英ガラス体を製造するために、前記支持体の前記縦軸線に平行にかつ運動方向が反転される転向点間に存在する少なくとも1つのバーナ列に配列されて、予め設定された並進速度で往復動する複数個の堆積用バーナにより前記SiO₂粒子を形成し、その結果得られる前記母材を焼結することにより前記石英ガラス体を製造する方法において、形成されつつある前記母材(62)の表面温度の基礎値を1050℃と1350℃との間の範囲内に保ち、前記母材(62)の平均周速度を8m/分と15m/分との間の範囲内に保ち且つ前記バーナ列(66)の平均並進速度を300mm/分と800mm/分との間の範囲内に保つことを特徴とする石英ガラス体の製造方法。
2. 隣接する転向点(A、B)間の間隔が5cmと40cmとの間の範囲内に保たれることを特徴とする請求項1に記載の方法。
3. 前記バーナ列における2つの隣接する前記堆積用バーナ間に少なくとも1つの熱保持バーナを設置することを特徴とする請求項1または2のいずれか1項に記載の方法。
4. 縦軸線を中心に回転する円筒形状の支持体の外表面にSiO₂粒子を堆積させることにより縦長の多孔質母材を形成して石英ガラス体を製造するために、前記支持体の前記縦軸線に平行にかつ運動方向が反転される転向点間に存在する少なくとも1つのバーナ列に配列されて、予め設定された並進速度で往復動する複数個の堆積用バーナにより前記SiO₂粒子を形成し、その結果得られる前記母材を焼結することにより前記石英ガラス体を製造する方法において、前記転向点(A、B)の領域で、形成されつつある前記母材(62)の周速度を増加させおよび／または前記堆積用バーナ(65)の火炎温度を低下させおよび／または前記堆積用バーナ(65)の母材表面(70)からの間隔を変えることを特徴とする石英ガラス体の製造方法。
5. 前記堆積用バーナ(65)に対する燃焼ガスの供給流量を、前記堆積用

バーナ（65）に供給される他のガスの流量に対して変えることにより、火炎温度を低下させることを特徴とする請求項5に記載の方法。

6. 前記堆積用バーナ（65）に不活性ガスを供給するか、または該不活性ガスの供給量を増加させることを特徴とする請求項4または5のいずれか1項に記載の方法。

7. 前記SiO₂粒子を形成するための出発ガスが前記堆積用バーナに供給される供給量を、酸素および／または水素の供給量に対して増加させることを特徴とする請求項4乃至6のいずれか1項に記載の方法。

8. 前記母材（62）の周速度の増加、前記堆積用バーナ（65）の前記火炎温度の低下および／または母材表面（70）からの前記堆積用バーナ（65）の間隔の変更を、前記転向点（A、B）より手前かまたは該転向点で終端する遷移領域（6c、10c、12c、16b）内で漸次的に行うことの特徴とする請求項4乃至7のいずれか1項に記載の方法。

9. 前記転向点（A、B）に向かう前記バーナ列（66）の接近運動に際し、該バーナ列の転向点（A、B）からの離間運動におけるよりも短い遷移領域（10c、12c、を設定することを特徴とする請求項8に記載の方法。

10. 前記母材表面の温度を前記堆積用バーナ（65）の火炎当接点で測定し、測定で得た値を、前記支持体（61）の前記回転速度、前記堆積用バーナ（65）の前記火炎温度および／または前記母材表面（70）からの前記堆積用バーナ（65）の前記間隔の調整に用いることを特徴とする請求項4乃至9のいずれか1項に記載の方法。

11. 前記支持体（61）の前記回転速度、前記堆積用バーナ（65）の前記火炎温度および／または前記母材表面（70）からの前記堆積用バーナ（65）の前記間隔を制御することを特徴とする請求項4乃至9のいずれか1項に記載の方法。

12. 請求項1乃至4のいずれか1項または複数項並びに請求項5乃至11のいずれか1項または複数項の組合せを特徴とする方法。

【発明の詳細な説明】

石英ガラス体の製造方法

本発明は、縦軸線を中心に回転する円筒形状の支持体の外表面にシリカ（以下、「 SiO_2 」と称する）粒子を堆積させることにより縦長の多孔質母材（porous envelope）を形成して石英ガラス体を製造する方法であつて、上記支持体の縦軸線に平行にかつ運動方向が反転される転向点間に存在する少なくとも1つのバーナ列に配列されて、予め定められた並進速度で往復動する複数個の堆積用バーナにより上記 SiO_2 粒子を形成し、その結果得られる母材を焼結することにより上記石英ガラス体を製造する方法に関する。

この種の方法は、ヨーロッパ特許第10476218号明細書に記載されている。この公知の方法においては、火炎加水分解バーナ（Flammhydrolyse-Brenner）を用いて、水平に配位されて縦軸線を中心に回転する基材棒上に、 SiO_2 粒子が層状に堆積される。個々のバーナは、基材棒の縦軸線に対し平行に伸びるバーナ・ブロック上に、互いに10cmの等間隔で取り付けられている。バーナ・ブロックは、 SiO_2 粒子の堆積中に形成される多孔質の円筒状母材に沿って、左側及び右側の転向点間で往復動する。バーナ・ブロックのこの並進運動の振幅は、母材の長さよりも小さい。転向点の領域において運動方向を反転する際に、バーナ・ブロックの並進運動は制動されるが、その場合に、母材表面が過熱され、母材に局部的な軸方向密度変動が生じる。その結果として、母材には、異なった反応度の領域が生じ、このことは、特に母材の事後処理における化学反応において顕著になり、母材の焼結後には、石英ガラス体に不均質性が残留し得る。

この問題を解決するために、ヨーロッパ特許第10476218号明細書には、母材に対するバーナ・ブロック運動の転向点を連続的に変位させ、それにより母材全体に亘り均等に転向点を分布させることが提案されている。この目的でバーナ運動の各バス毎に、右側並びに左側の転向点は、数ミリメートルずつ変位している。

しかしながら、上述の方法では、転向点で発生する局部的な密度変動は、単に均等に母材に分布されるに過ぎない。加えて、この公知の方法においては、バー

ナ・ブロックの複雑な並進運動が原因で、装置及び制御技術に関して、高い費用が要求される。

従って、本発明の目的は、局部的に軸方向密度変動が殆ど生じない母材の製造を可能にし、且つ容易に実行可能な方法を提供することにある。

上記目的は、冒頭に述べた方法に基づき、本発明に従って、形成されつつある母材の表面温度の基礎値を1050°Cと1350°Cとの間の範囲内に保ち、前記母材平均周速度を8m/分と15m/分との間の範囲内に保ち且つ前記バーナ列の平均並進速度を300mm/分と800mm/分との間の範囲内に保つことにより達成される。

母材の表面温度は、母材表面において、バーナ列の中央部に位置する堆積用バーナ内の1つのバーナの火炎当接点で測定される。この目的で、商品名「Infratherm IN 4/5」としてIMPAC社から入手し得るパイロメータを使用することができ、このパイロメータの測定波長は、5.14 μmである。パイロメータを母材表面から30cm離した場合、500°Cと1300°Cとの間の温度範囲で測定スポットの直径は、約5mmとなる。堆積用バーナの火炎当接点は、約15mの若干大きな直径を有する。従って、パイロメータを適正に調節することにより、測定スポットを火炎当接点内に位置させることができる。この調節が適切でない場合には、測定温度値は、実際の温度よりも低くなる。なお、上記適正な調節で測定される温度値を、以降、母材の表面温度と称する。

転向点近傍でバーナ列の並進運動が制動されると、表面温度は上昇するが、転向点を通過した後には該表面温度は徐々に低下し、転向点間で最小温度値に達する。以降、この最小温度値を表面温度基礎値と称する。

この温度値は、本質的に多孔質母材の密度を決定する。上記の温度範囲においてSiO₂粒子の堆積を行った場合、石英ガラスの密度(2.2g/cm³)に対し、通常、15%と35%との間の範囲内で母材の平均相対密度が達成される。母材の平均相対密度を可能な限り正確に求めるために、母材の長さ方向に沿って、直径3cmの試料用穿孔コアを10個均等に分布して設けて、穿孔コアで水銀比重計を用いて測定する。母材の平均相対密度は、これらの測定値の算術平均か

ら、上述の理論的石英ガラス密度に基づいて求めることができる。

表面温度基礎値は、本質的に、堆積用バーナの火炎温度、堆積用バーナの数及び母材表面からの堆積用バーナの間隔、並びに該堆積用バーナの容量によって決定される。なお、表面温度基礎値を1050℃と1350℃との間の範囲内の値に設定することは、当業者により容易になれる。また、多孔質母材を形成するために、複数のバーナ列を用いることも可能である。その場合、異なった列の堆積用バーナの火炎当接点を、母材表面上の1本の共通の線上に位置付けることができる。異なった列の堆積用バーナは、支持体の円筒軸線に対して垂直な方向で見て、1つの同じ高さに、或るいは互いにずらして配設することができる。複数のバーナ列を用いる場合には、これらバーナ列の内の1つの列について表面温度基礎値を求めるだけで充分である。

母材の平均周速度またはバーナ列の平均並進速度に対する所定の速度範囲が維持される限りにおいて、1050℃と1350℃との間の範囲内の表面温度基礎値で、転向点領域における基礎値に対する表面温度の上昇分は、比較的に小さく、最大150℃であることが判明した。150℃の温度上昇により、相対密度は最大約6%増加する。母材におけるこの程度の軸方向密度勾配は、焼結後に得られる石英ガラス体の数多の用途に対する使用可能性を制限することはない。自明なことであるが、基礎値と転向点領域における最大値との間の温度差が小さければ小さい程、相対密度の増加は抑制される。

母材表面に対する堆積用バーナの相対運動が、（全運動サイクルに亘って見る場合）平均して比較的に小さいことが肝要であることが判明した。この認識並びに母材の平均周速度及びバーナ列の平均並進速度に対する所定の速度範囲に基づいて、当業者は、多くの試行を要せずに、転向点における温度上昇が表面温度基礎値に対し150℃を越えないように、最適な対策を講ずることは容易である。バーナ列の往動及び復動（以下、「運動サイクル」とも称する）中、上述の速度の一方或るいは双方を比較的小さい平均値に設定することにより、火炎当接点近傍における母材表面は、良好に一貫して加熱される。従って、良好に加熱された表面の温度と転向点領域における高い温度との間の差は、比較的に小さい。このようにして、中央のバーナ列と母材表面との間の相対運動速度が平均的に低く

なればなる程、（良好に加熱された母材表面と比較し）転向点領域における相対的温度上昇は小さくなる。低速の相対運動により、母材には、その全長に亘り、時間的にも空間的にも可能な限り均等な高い熱エネルギー量を加えることが可能になる。

尚、バーナ列の平均並進速度とは、一回の運動サイクルにおける行程とそれに要する時間との比を意味する。

また、形成される母材の平均周速度は、一回の運動サイクル中、母材の周面の各点が横移動する区間長と、それに要する時間とから求められる。

通常、平均並進速度は、全堆積プロセス中一定に保たれる。しかしながら、転向点においては、並進速度は零に等しくなり、実際上、バーナ列の制動には制動区間が、そして加速には加速区間が必要となり、これら区間においては、平均並進速度を必ずしも設定することができないことは理解されるであろう。

同様に、平均周速度も全堆積プロセス中、一定に保つことができる。この場合、母材の外径が、従ってその円筒形状の外表面積が、堆積プロセスの進展に伴って連続的に大きくなるので、支持体の回転速度を連続的に減少させる必要がある。

並進速度並びに周速度の両方は、運動サイクル中、変えることができ、例えば、周速度を転向点の領域で増加することができる。

運動工学的には、バーナ列の代わりに或るいは該バーナ列に加えて、母材をも往復動させることができると等価的に可能であることは自明であり、その場合には、バーナ列の並進速度の代わりに、母材の並進速度を或るいはバーナ列と母材表面との間の相対速度を監視する必要がある。

隣接する転向点間における母材領域が、1回の運動サイクル中に、過度に低い温度にまで冷却されるのは好ましくない。このような望ましくない冷却は、母材の平均周速度またはバーナ列の平均並進速度に対し、所定の最低速度を設定することにより阻止することができる。

本発明の方法によれば、母材における軸方向の密度勾配は、相当に抑制される。従って、本発明の方法は、従来技術に記載されるような母材における密度勾配の単なる均等な分布をはるかに凌ぐものである。また、従来技術とは異なり、転

向点の変位は必要とされず、従って、本発明の方法を実施する上での装置及び制御技術上の費用を低く抑えることができる。尤も、補助的な手段として、転向点を変位することも考えられ得る。

隣接する転向点の間隔を5cm乃至40cm間の範囲内に維持するのが有利であることが判明した。このようにすれば、1回の運動サイクル中、隣接する転向点間で母材の表面が過度に冷却されるのを効果的に回避することができる。

これと関連して、1つのバーナ列の2つの隣接する堆積用バーナ間に、各々1つの熱保持バーナを挿入するのも有利であることが判明した。バーナ列の運動に対応して運動する該熱保持バーナを用いれば、母材上の加熱領域の間隔を短縮することができる。該熱保持バーナは、堆積用バーナ間の中央に配設することができる。この目的で、熱保持バーナは、同じバーナ列上に配設しても良いし、あるいは支持体に沿って動くバーナ列の運動に対し同期して動かされる別個の熱保持ブロックに配設することもできる。

更に、先に述べた目的は、冒頭に述べた形式の方法を基礎として、本発明によれば、上記転向点の領域で、形成されつつある母材の周速度を増加しおよび／または上記堆積用バーナの火炎温度を低下させおよび／または上記堆積用バーナの母材表面からの間隔を変えることにより達成される。

上述の各手段またはそれらの組合せによれば、転向点領域における母材表面の温度増加を、完全にまたは部分的に補償することができる。従って、転向点領域における温度増加が、母材の表面温度の先に定義した基礎値を越えることはないし、また、越えるにしても極く僅かである。このようにして、母材に対し、その全長に亘って、時間的及び空間的の両方において可能な限り均等な高い熱エネルギーが付与される。従って、母材における軸方向の密度勾配は、実質的に回避される。

転向点領域における上述のパラメータの変化は、調整もしくは制御により実施することができる。所要の変化量は、多数の条件、例えば、実際のパラメータ値、母材の表面温度基礎値あるいは母材の許容し得る軸方向密度勾配に依存する。しかしながら、上記パラメータの変更は、個々の具体的な事例に対し、多くの試行を要することなく、ここに開示した教示に基づき当業者には容易に最適に実現

することができる。

周速度の増加は、先に定義した平均周速度に影響を与える。周速度を増加させるため、転向点領域において各堆積用バーナは、単位時間当たりに形成下の母材の大きな周面積を覆う。これにより、単位面積当たりの熱エネルギーの付与、従つて、転向点領域における温度増加は低減する。

堆積用バーナの火炎温度が低下すると、転向点間の領域の中央部に対し設定された火炎温度は、影響を受ける。

母材表面からの堆積用バーナの間隔は、大きくすることもできるし、また小さくすることもできる。この間隔を小さくしたり或るいは大きくして、火炎当接点におけるバーナ火炎の温度が低くなると、母材の表面温度が低下し得る。このことは、特に、所謂火炎集束型の堆積用バーナについて当て嵌まる。この対策として、堆積用バーナのノズル開口と母材表面との間の間隔を測定する。

このような付加的な手段が有意義である転向点を中心とする領域は、各転向点を中心に数ミリメートルの桁である。しかしながら、この領域は、遷移領域におけるパラメータの連続的変更と関連して以下で詳細に説明するように、隣接する転向点の中心を越える程の大きさになり得る。

この実施の態様においても、バーナ列の転向点の軸方向の変位を省略することができる。従って、調整もしくは制御装置が必要とされるにも拘わらず、本発明の方法を実施するまでの装置の費用は、冒頭に述べた従来公知の方法と比較して少なくて済む。しかしながら、補足的手段として、バーナの転向点を変位させることも考えられ得る。

本方法の好適な実施の態様として、堆積用バーナに対する燃焼ガスの供給率を、堆積用バーナに供給される別のガスの供給率と比較して相対的に減少させることにより、火炎温度の低下を達成することができる。なお、燃焼ガスとは、本質的に、発熱反応によりバーナ火炎を発生するガスと理解されたい。例えば、酸素ガス・バーナにおいては、燃焼ガスは、酸素及び水素であり、以降、説明を簡便にするために燃焼ガスは、酸素と水素であると仮定する。火炎温度の低下は、堆積用バーナへの酸素および／または水素の供給量を減少させるか、或るいは他のガス、例えば不活性ガスまたはSiO₂粒子を形成するための出発物質の供給

量を高めることにより達成される。

ここで、転向点の手前または転向点で終端する遷移領域内において、形成下の母材の周速度の増加、堆積用バーナの火炎温度の低下および／または母材表面からの堆積用バーナの間隔の変更は、徐々に行なうことが特に有効であることを特記しておく。このように、上記パラメータの変更を徐々に行なうことにより、転向点を中心とする母材領域と母材の他の領域との間における均質な遷移が達成される。この遷移領域内で、変更すべきパラメータを所望の値に調節する。このような値の調節は、正確に転向点で終了させることができるが、勿論、転向点手前であっても良い。遷移領域は、各々転向点の両側に存在する。バーナ列が転向点から離れる方向に動く時、先に変更したパラメータを再び徐々に元の値に戻す。通常、遷移領域は、各転向点より少なくとも 10 mm 手前で始まる。その理由は、それより短い遷移領域では、パラメータを徐々に変えることによる効果が殆ど現れないからである。

転向点から離れる方向に動く際には、バーナ列は、戻り運動の結果として、加熱により更に高い表面温度を有している母材領域を横移動することになる。従つて、転向点へのバーナ列の戻り運動に際しては、転向点から離れる運動におけるよりも遷移領域を短く設定するのが有利である。遷移領域をより長くすることにより、各パラメータは、ゆっくりと元の値に復帰する。これにより、熱せられた母材領域が更に高い温度に加熱されることは、可能な限り回避される。

堆積用バーナの火炎当接点における母材表面の温度を測定し、測定した値を、支持体の回転速度、堆積用バーナの火炎温度および／または母材表面からの堆積用バーナの間隔を制御するのに用いるのが有利である。この構成によれば、転向点における許容し得ない温度上昇の回避が容易になるばかりではなく、全堆積期間に亘って一定の母材密度を維持することが可能になる。

代替法として、支持体の回転速度、堆積用バーナの火炎温度および／または母材表面からの堆積用バーナの間隔を制御する方法も有利であることが判った。この場合、制御は、転向点における各運動サイクル毎において、1つまたは複数のパラメータが同じように変更されるべく調節を行う。この種の制御は、特に、調節が有意義でなかつたり或るいはまた、その実現に大きな技術上の費用が伴う場

合に有利である。

特に有利であると判明したのは、形成されつつある母材の表面温度の基礎値を 1050°C と 1350°C との間の範囲内に保ち、母材の平均周速度を $8\text{ m}/\text{分}$ と $15\text{ m}/\text{分}$ との間の範囲内に保ち、バーナ列の平均並進速度を $300\text{ mm}/\text{分}$ と $800\text{ mm}/\text{分}$ との間の範囲内に保つと共に、他方また、それに加えて、転向点領域で、形成されつつある母材の周速度を高めおよび／または堆積用バーナの火炎温度を低下させおよび／または母材表面からの堆積用バーナの間隔を変えると、这种方法の組合せである。なお、本発明による個々の実施の態様として先に述べた有利な実施形態も、上記のように組み合せ方法として役立つことが判明した。

転向点領域における表面温度及び既述の速度の維持並びに既述のパラメータの変更は、母材の時間的且つ空間的に可能な限り均等な加熱を目的とするものであり、このことは、表面温度基礎値と転向点における温度との間の差を可能な限り小さく保持することに寄与する。従って、上述した手段の組合せにより、上記温度差は、更に小さくなり得る。

本発明による方法の実施例は、図面に示されており、以下、これら実施例について詳細に説明する。各図面は、各々模式的な図を示すものであり、図面中、

図1は、バーナ・ブロックの一定の並進速度及び母材の一定の周速度での1回の運動サイクルを、速度分布を用いて示し、

図2は、転向点領域で母材の周速度が増大する1回の運動サイクルを、速度分布を用いて示し、

図3は、遷移領域において、堆積用バーナの火炎温度が変えられる1回の運動サイクルを、温度分布を用いて示し、

図4は、遷移領域において、堆積用バーナの火炎温度が変えられる1回の運動サイクルを、別の温度分布を用いて示し、

図5は、遷移領域において、バーナ・ノズル開口と母材表面との間隔が変えられる1回の運動サイクルを、間隔分布を用いて示し、そして

図6は、本発明による方法を実施するための装置の側面図を示す。

図6には、以下で詳細に説明する本発明による方法を実施するための実施例に

において用いられる装置が略示してある。酸化アルミニウムからなり縦軸線63を中心回転する支持体61には、SiO₂粒子からなる多孔質母材62が堆積する。SiO₂粒子の堆積は、支持体62の縦軸線63に対して平行に配設されたバーナ・ブロック64上に、1つの列66の形態で取り付けられた石英ガラス製の堆積用バーナ65を用いて行われる。バーナ・ブロック64は、支持体61の縦軸線63に沿って、該縦軸線63に対して位置固定されている2つの転向点の間で往復動させられる。この往復動の振幅は、矢印67で示されている。この往復運動の振幅は15cmであり、縦軸線63の方向に見て、転向点間もしくは堆積用バーナ65間の軸方向間隔に対応する。

堆積用バーナ65の列66は、その両側において、各々付加的に設けられた補助バーナ68で終端している。該補助バーナ68も同様に、バーナ・ブロック64に取り付けられており、隣接の堆積用バーナ65からの間隔は、各々上述のバーナ間の間隔に一致している。補助バーナ68の火炎温度は、堆積用バーナ65の火炎温度と実質的に等しい値に設定される。これら補助バーナは、バーナ列66の端部領域に、中間領域に存在するような温度分布に類似した温度分布を発生させる働きをする。堆積用バーナ65には、各々、燃焼ガスとして、酸素及び水素が、そしてSiO₂粒子を形成するための出発材料としてガス状の四塩化ケイ素（以下、「SiCl₄」と称する）が供給される。但し、上記2つの補助バーナ65には、単に燃焼ガスだけが供給されるに留まる。

母材62の2つの正面側の領域には、該母材62に対して固定的に取り付けられた追加の加熱バーナ69が設けられる。該加熱バーナ69は、母材62の端部領域において、堆積用バーナ65並びに補助バーナ68と比較して、高い温度を発生する。その結果、母材62の両側の端部は、一層密度が増加して、高い機械的安定性が得られる。

母材表面70の温度は、連続的に監視される。この目的で、パイロメータ71が母材表面70に向けて設けられており、その場合、該パイロメータの測定スポットは、中央部に位置する一つの堆積用バーナ65aのバーナの火炎72が当接する点に位置する。該パイロメータ71は、バーナ・ブロック64に固定されており、該バーナ・ブロックと共に往復動する。このようなパイロメータとしては

、商品名「Infratherm 1N 4/5」としてIMPERIAL社から入手することができるパイロメータを使用することができ、 $5.14 \mu m$ 測定波長を有する。母材表面70からのパイロメータ71の間隔は30cmであり、測定スポットの直径は約5mmである。堆積用バーナ65aの火炎72の当接点は、約15mmの直径を有する。このようにして得られる測定値から、1回の運動サイクル、即ち、バーナ・ブロック64の往復運動における最低温度としての表面温度基礎値が求められる。

パイロメータ71には、制御装置73が接続されており、該制御装置は、堆積用バーナ65に対する燃焼ガス供給を制御する。

母材62の表面70とバーナ・ブロック64との間の間隔は、堆積プロセス中一定に保たれる。この目的で、バーナ・ブロック64は、方向矢印74で示すように、支持体61の縦軸線63に対し垂直な方向に移動可能である。

図1乃至図4のダイヤグラムには、2つの隣接する転向点A及びB間における1回の運動サイクル中に変更されるパラメータの分布が示されている。これら図において、縦軸には、各々転向点A及びB間におけるバーナ・ブロック運動区間が、そして横軸には、SiO₂の堆積に関連する種々なパラメータが示してある。

パラメータ分布曲線には、各曲線部分毎に各々バーナ・ブロックの運動方向を示す方向矢印が付けてある。なお、図示を明瞭にするために、パラメータの値が一致する場合でも、図には、当該曲線が（互いに重なって存在せず）互いに平行に延びるように描かれている。

実施例 1

図1には、横軸に母材の周速度がV₁で、バーナ・ブロックの並進速度がV₂で示されている。

周速度V₁は、全運動サイクル中並びに全堆積プロセス中、12m／分で一定となるように設定されている。図には、転向点Bに向ってのバーナ・ブロックの往運動における周速度を表す曲線部分は、参照符号1aで表されており、バーナ・ブロックが転向点Bから転向点Aに向う復運動における直線部分は、参照符号1bで表されている。

バーナ・ブロックの平均並進速度は、 $500\text{ mm}/\text{分}$ である（曲線2a及び2b参照）。同様に、並進速度 V_s も、並進速度の平均値を無視することができる転向点A及びBの領域における制動並びに加速区間3を除き、全運動サイクル中並びにまた全堆積プロセス中、（大きさに関し）一定に保たれる。制動並びに加速区間3の長さは、数ミリメートルの範囲内にある。

図1に示してある速度分布は、総ての堆積プロセスにおいて維持される。堆積プロセス中、母材表面には、約 1250°C の表面温度基礎値が維持される。なお、ここで、母材の外径の増加に伴い、表面は、特に熱放射が増加するため、より迅速に冷却される点に注目されたい。従って、表面温度基礎値を約 1250°C で一定に保つためには、迅速な冷却に対処するための手段が必要となる。この目的で、本実施例においては、堆積用バーナの火炎温度を連続的に高める。

母材の周速度 V_s 並びにバーナ・ブロックの平均並進速度 V_s は、比較的低い。従って、堆積用バーナとバーナ・ブロックとの間の相対運動速度も低く、バーナの火炎当接点領域における母材の良好な加熱が達成される。

従って、転向点A及びB間の領域における往復運動による母材表面の二重加熱に起因する温度上昇は、僅か 50°C に過ぎない。この理由から、転向点A及びB間における表面温度の変化は、比較的に平坦であり、従って、この領域における母材には、小さな密度勾配が保証される。

実施例2

図2においても、横軸に、母材の周速度 V_s 及びバーナ・ブロックの並進速度 V_s が示してある。

バーナ・ブロックの平均並進速度は、 $800\text{ mm}/\text{分}$ である（曲線4a及び4b参照）。同様に、並進速度も、転向点A及びBの領域における制動並びに加速区間5を除き、全運動サイクル中並びにまた全堆積プロセス中（大きさに関し）一定に保たれる。制動並びに加速区間5の長さは、数ミリメートルの範囲内にある。

母材の周速度 V_s は、所定のプログラムを用いて制御される。該周速度は、転向点A及びB間における約 9 cm の区間に亘っては、 $12\text{ m}/\text{分}$ （曲線部分5a及び5b）に調節される。例えば、転向点Bより約 3 cm 手前から該転向点Bに

向かう方向におけるバーナ・ブロックの往動に際しては、周速度 V_1 は、約 5 m / 分の遷移領域 6 cにおいて、18 m / 分の値へと徐々に増加する（曲線部分 6 a 参照）。しかる後、周速度 V_1 は、転向点 B まで上昇した値に一定に保たれる（曲線部分 7 a 参照）。また、転向点 B から離れる方向でのバーナ・ブロックの運動に際しても、方向だけが逆で同じ速度変化が行われる（曲線部分 7 b、6 b、5 b 参照）。同様に、転向点 A に向かう方向におけるバーナ・ブロックの往動に際しても同じ速度分布が行われる。運動サイクルにおける平均周速度は、約 14 m / 分である。この速度の大きさは、図 2 に点線 8 で略示してある。

図 2 に示してある速度分布は、全堆積プロセス中維持される。堆積プロセス中、母材の表面には、1280 ℃の表面温度基礎値が維持される。図 1 と関連して先に述べたように、母材の外径が増大しても、上記表面温度は維持される。このように表面温度を一定にすることは、母材における半径方向の密度勾配を回避するため必要である。

母材の周速度並びにバーナ・ブロックの平均並進速度は、比較的低い。従って、堆積用バーナとバーナ・ブロックとの間の相対運動速度も低く、バーナの火炎当接点領域において、母材の良好な加熱が達成される。加えて、母材は、転向点 A 及び B の領域において、単位表面積当たりの加熱量が減少するため、高い周速度で加工され、その結果、転向点 A 及び B 間の領域における往復運動の際に、母材表面の二重加熱による該温度上昇は、非常に小さく、僅か 40 ℃に過ぎない。

実施例 3

母材の周速度 V_1 及びバーナ・ブロックの並進速度 V_2 は、図 1 を参照して説明した実施例の場合と同様に制御される。堆積プロセス中、母材の表面には、1250 ℃の表面温度基礎値が一定に維持される。加えて、本実施例においては、バーナ・ブロック運動の転向点領域において堆積用バーナの火炎温度が変えられる。

火炎温度の変更は、プログラム制御下で行われ、図 3 を参考し詳細に説明する。なお、同図において、横軸には、堆積用バーナの火炎温度「T」が相対単位で示されている。

転向点 A 及び B 間の中間領域（曲線部分 9 a、9 b）においては、火炎温度は高いレベルに一定に保たれる。例えば、転向点 B から約 3 cm 手前から転向点 B 向かう方向におけるバーナ・ブロックの往動に際し、火炎温度は、遷移領域 10 c において連続的に低下する（曲線部分 10 a 参照）。この遷移領域 10 c は転向点 B で終端する。

本実施例における第 1 の方法においては、燃焼ガス供給を連続的に減少させることにより、火炎温度は、遷移領域 10 c 直前に設定されている初期値の合計 8 %だけ低下させる。この場合、水素に対する酸素の割合は、一定に保持される。同様に、堆積用バーナに対する他のガスの供給も変更されない。

本実施例における第 2 の方法によれば、バーナに付加的に窒素を供給することにより、火炎温度を低下させる。この目的で、遷移領域 10 c において、窒素流量を、水素供給量の約 20 % の流量に達するまで連続的に増加させる。

本実施例の第 3 の方法においては、バーナに、付加的に S i C I_x を供給することにより、火炎温度を低下させ、一方、燃焼ガスの供給量は、一定に保たれる。この目的で、S i C I_x ガス流を、遷移領域 10 c の直前に設定されている初期値の 20 %まで連続的に増加させる。

バーナ・ブロックが転向点 B から戻る行程の時に、別の遷移領域 10 d において火炎温度を再び元の値まで徐々に上昇させる（曲線部分 10 b 参照）が、この温度上昇は、曲線部分 10 a における温度低下よりも若干緩やかに行う。その理由は、戻り行程においては、母材の表面温度が往動の行程で行われた加熱のために、転向点に隣接する領域において、未だに高いからである。そこで、火炎温度の迅速な上昇によるこの領域での付加的な加熱を回避するために、火炎温度は、遷移領域 10 c におけるよりもゆっくりと元の値に上昇さられるものであり、曲線部分 9 b で元の温度に達する。このように遷移領域 10 c 及び 10 d を異なった長さにすることにより、高い温度差、従って密度差異は回避され、少なくとも顕著に減少する。

同様の目的もしくは効果は、実施例 5 の同様な方法により詳細に説明されるような、転向点 B からの戻り行程に際して、火炎温度が最初は或る区間に亘り低く一定に保たれ、しかる後に再度上昇するという方法によっても達成される。

本実施例の総ての方法において、火炎温度の上昇は、堆積用バーナに対する元のガス供給量の割合を元に戻すことにより行われる。

火炎温度を低下させることにより、転向点A及びBの領域において母材が受けた熱エネルギーは減少し、従って、転向点A及びB間の領域における往復運動による母材表面の二回の加熱に起因する温度上昇は、僅か35℃に過ぎなくなる。

別の実施の方法においては、堆積用バーナの火炎温度を制御装置を用いて調整することができる。この制御に当たっては、表面温度目標値は、1250℃に設定される。母材の表面温度は、パイロメータを用いて、堆積用バーナの火炎当接点において連続的に測定される。表面温度が変化した場合、例えば、転向点領域において温度が上昇した場合には、総ての堆積用バーナの火炎温度は、堆積用バーナに供給される1つまたは複数のガス流量を変更することを通じて制御装置により調節される。火炎温度の変更には、上述の方法が適している。この制御方法によれば、特に、転向点における許容し得ないような温度上昇を回避することが可能になり、更に、全堆積期間に亘って母材の密度を一定に維持することが可能になる。このようにして、転向点領域における温度上昇は、30℃より低い値に制限することができる。

実施例 4

図4に示した実施例においては、堆積パラメータを、図3を参照して先に述べた方法例に対応し設定する。図3に示す火炎温度「T」の温度分布とは異なり、図4に示した方法例においては、火炎温度は、運動サイクル中、プログラム制御下で常時変えられる。従って、この温度分布においては、火炎温度が一定である領域（図3に示した曲線部分9a及び9b）は存在しない。

バーナ・ブロックの転向点Bに向かう往動に際しては、バーナ火炎は、転向点Bより約6cm手前の位置11aで最大温度に達する。しかる後に、火炎温度は、遷移領域12c内で定常的に低下し（曲線部分12a）、転向点Bにおいて最小温度になる。従って、この転向点Bで遷移領域12cは終端する。火炎温度の低下は、図3を参照して先に説明した方法例に対応して実施される。

バーナ・ブロックの戻り行程に際しては、火炎温度は、別の遷移領域12dにおいて再び徐々に最大温度に上昇させられ、この最大温度は、温度分布の点11

bにおいて達せられる（曲線部分 1 2 b 参照）。遷移領域 1 2 d は、転向点 A より約 6 cm 手前で終端し、転向点 B から約 9 cm の長さに亘って存在する。戻り行程において、遷移領域 1 2 d における緩やかな温度上昇により、図 3 を参照し既に詳細に説明したように、転向点 B に隣接する母材領域における母材表面の過熱が回避される。この実施例においては、各々の転向点 A および／または B からの戻り行程において、各遷移領域 1 2 d 及び 1 3 d は重なり合う。

本実施例の上記方法形態よれば、火炎温度の非定常性が回避される。図 1 を参考して先に述べた方法段階に加えて、火炎温度は、転向点 A 及び B の領域で低下する。従って、母材は、より小量の熱エネルギーしか付与されず、その結果として、転向点 A 及び B 間の領域での往復運動による母材表面の二重の加熱に起因する温度上昇は、僅かに 3 5 ℃ に過ぎない。

実施例 5

この実施例においては、母材の周速度及びバーナ・ブロックの並進速度は、図 1 を参考して説明した実施例の場合と同様に設定される。母材表面では、堆積プロセス中、1 2 5 0 ℃ の表面温度基礎値が一定に維持され、この温度が測定される。

転向点領域における温度上昇を低減するために、本実施例においては、母材表面からの堆積用バーナ・ノズル口の間隔が変更される。この間隔「D」は、図 5 に示した運動サイクルにおいて横軸に示してある。転向点 B に向かう方向におけるバーナ・ブロックの運動中の運動サイクルを例として考察すると、転向点 A 及び B 間で、約 9 cm 乃至約 1 5 cm の区間 1 4 c に亘り、上記間隔は、常に小さい値に保持され（曲線部分 1 4 a）、次いで、遷移領域 1 5 b において 7.5 mm／秒の一定の変化率で徐々に増大される（曲線部分 1 5 a 参照）。遷移領域 1 5 b は、転向点 B で終端し、ここにおける堆積用バーナ・ノズル口と母材表面との間の間隔は、曲線部分 1 4 a におけるよりも約 10 % 大きく、その間隔は、約 1 6 . 5 cm である。

バーナ・ブロックの戻り行程においては、上記間隔は、約 2.5 cm の区間 1 6 b に亘って大きな値に保たれ（曲線部分 1 6 a 参照）、次いで、遷移領域 1 7 b において 7.5 mm／秒の変化率で再び元の 1 5 cm の間隔にまで減少させら

れる（曲線部分17a）。バーナ・ブロックが更に転向点Aに接近する行程では、上記間隔は、再度、約9cmの区間に亘って一定に保持され（曲線部分14b参照）、次いで転向点Bと関連し上述したのと同じ間隔変更制御が行われる。

転向点A及びBからの戻り行程に際し、徐々に短くなる間隔を遅延を伴って調節すること（曲線部分16a参照）により、往動時から加熱されている母材の表面が緩やかに加熱されることになり、それにより、転向点A及びBを中心とする領域における母材表面の過熱が回避される。

更に加えて、転向点を中心とする領域で堆積用バーナと母材表面との間の間隔を大きくすることにより、母材は、その全長に亘り、非常に均等な熱エネルギーを付与されることになる。なお、本実施例においては、転向点A及びBの領域で僅か35℃の温度上昇しか測定されなかった。

【図1】

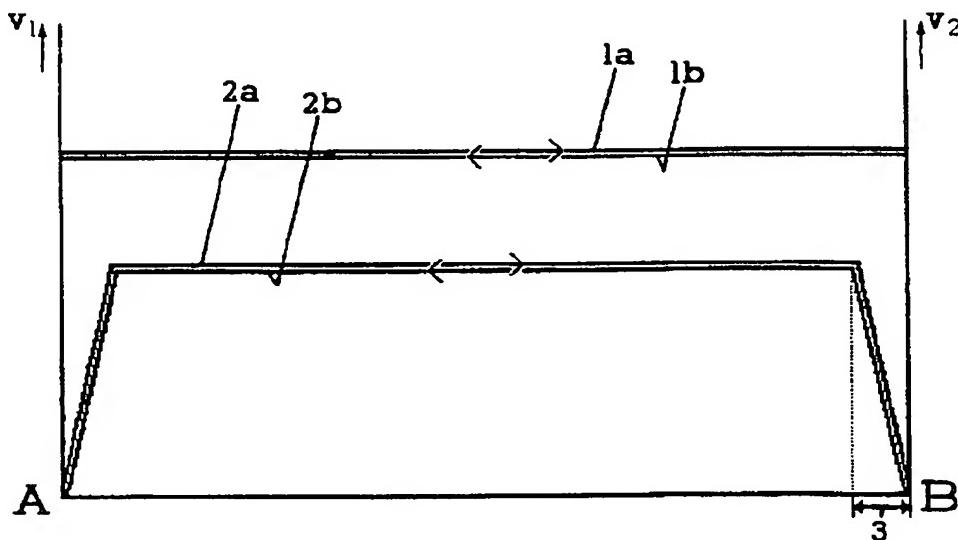


Fig. 1

【図 2】

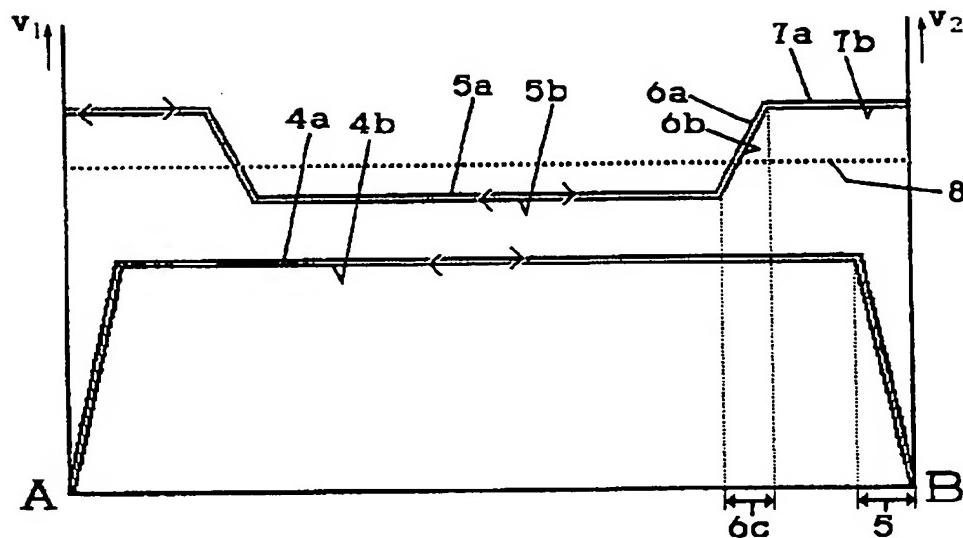


Fig. 2

【図 3】

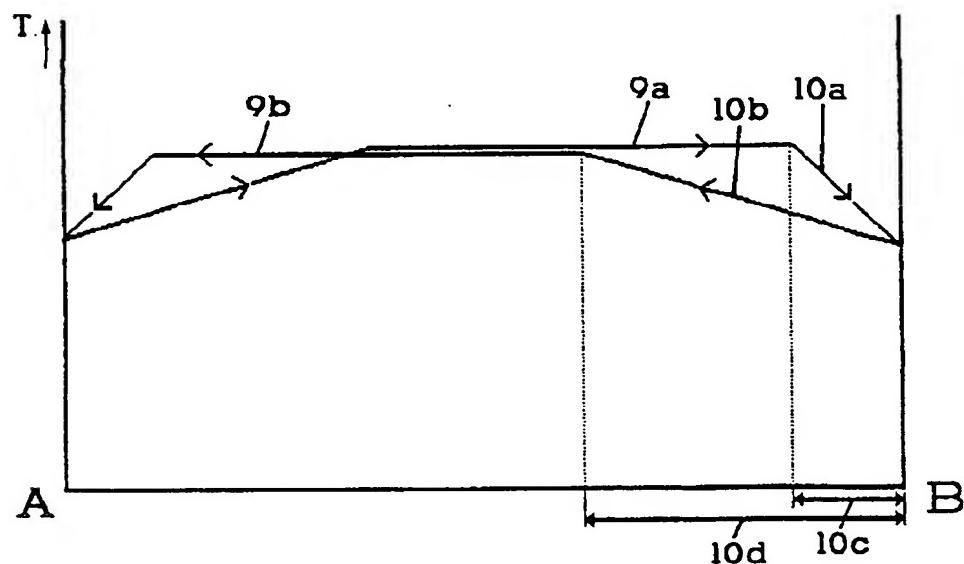


Fig. 3

【図4】

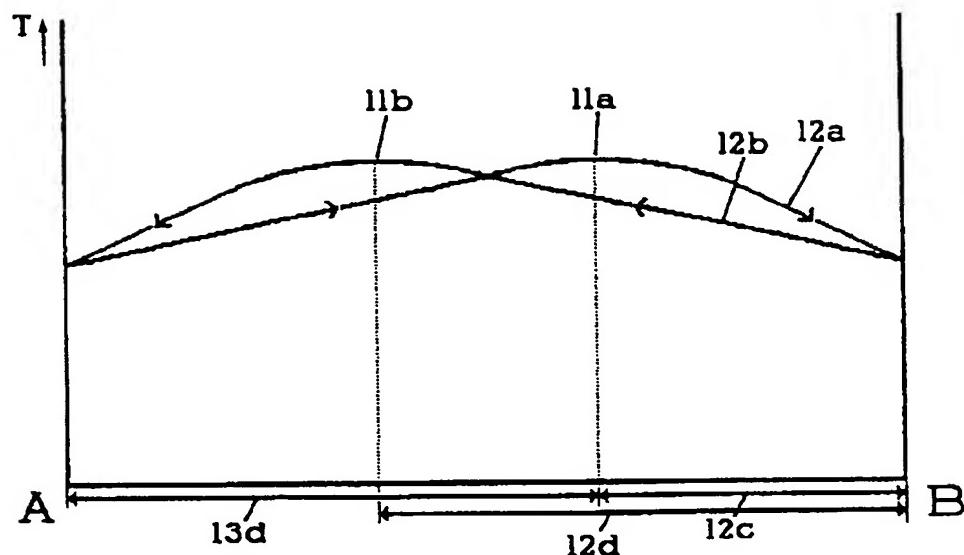


Fig. 4

【図5】

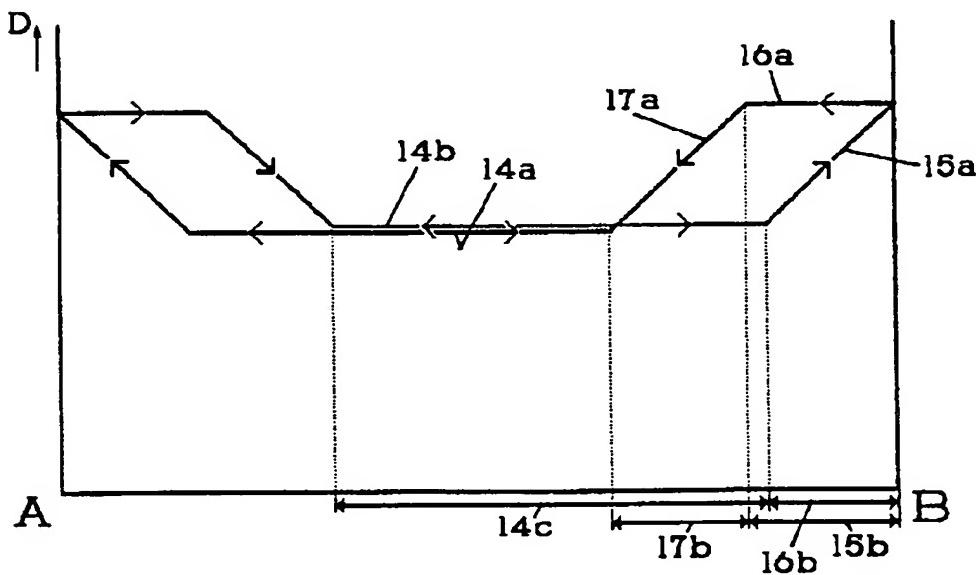


Fig. 5

〔図6〕

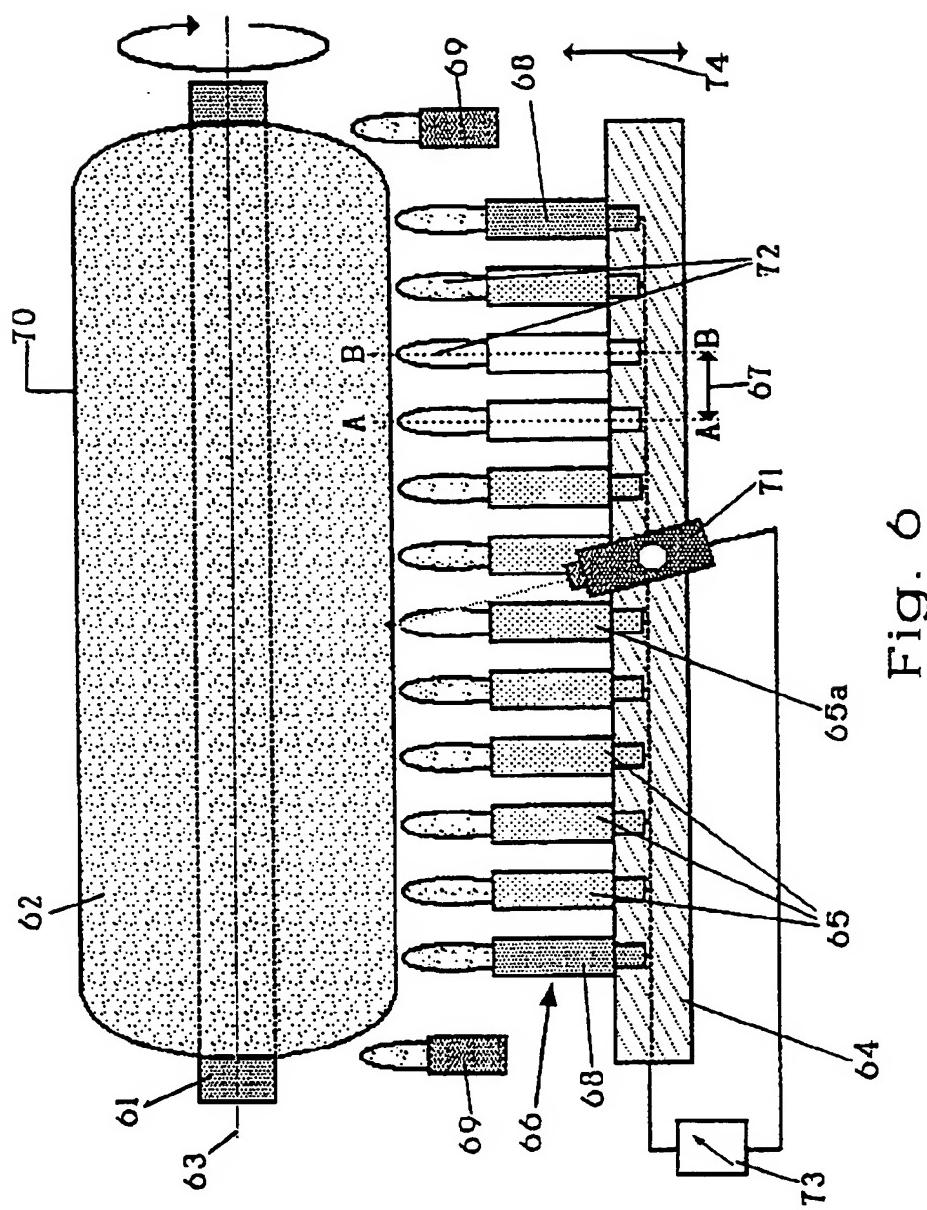


Fig. 6

〔国際調査報告〕

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/EP 97/03818

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 6: C03B 37/014 // C03B 20/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 6: C03B, C03C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

EPO: WPI, EP0DOC

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP 0476218 A1 (CORNING INCORPORATED), 25 March 1992 (25.03.92), figure 2, abstract -----	1-12

 Further documents are listed in the continuation of Box C. See patent family annex.

- * Special categories of cited documents:
 - "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
 - "E" earlier document but published on or after the international filing date
 - "L" document which may throw doubts on priority claim(s), or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
 - "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
 - "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
- "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
- "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search 10 November 1997 (10.11.97)	Date of mailing of the international search report 23 December 1997 (23.12.97)
Name and mailing address of the ISA/ EUROPEAN PATENT OFFICE Facsimile No.	Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International Application No	
PCT/EP 97/03818	

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 0476218 A1	25/03/92	AU 644155 B AU 7535691 A CA 2034772 A DE 69122586 D,T JP 4260618 A US 5116400 A US 5211732 A	02/12/93 26/03/92 21/03/92 27/02/97 16/09/92 26/05/92 18/05/93